



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 101 11 405.2

**Anmeldetag:** 8. März 2001

**Anmelder/Inhaber:** Heraeus Quarzglas GmbH & Co KG, Hanau/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zur Herstellung eines Quarzglastiegels

**IPC:** C 03 B 20/00

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 11. Juli 2001  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

Sieck

**Patentanmeldung****Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG****Verfahren zur Herstellung eines Quarzglastiegels**

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Quarzglastiegels, indem ein Tiegelbasiskörper mindestens teilweise mit einer Innenschicht versehen wird, in welcher unter Einsatz eines Kristallisationspromotors eine Cristobalitbildung herbeigeführt wird.

10

Derartige Quarzglastiegel werden beispielsweise zur Aufnahme der Metallschmelze beim Ziehen von Einkristallen nach dem sogenannten Czochralski-Verfahren eingesetzt. Bei diesem Verfahren wird ein Impfkristall mit vorgegebener Orientierungsrichtung in die Schmelze eingetaucht und dann langsam hochgezogen.

15 Impfkristall und Schmelze rotieren dabei gegenläufig. Die Oberflächenspannung zwischen Impfkristall und Schmelze bewirkt, dass mit dem Impfkristall auch ein wenig Schmelze abgezogen wird, die allmählich erkaltet und dadurch zu dem stetig weiterwachsenden Einkristall erstarrt. Bei diesem Ziehprozess unterliegt der Quarzglastiegel hohen mechanischen, chemischen und thermischen Belastungen, denen der Quarzglastiegel über mehrere Stunden ohne merkliche plastische Verformungen standhalten muss. Im Fall einer Siliziumschmelze beträgt die Schmelztemperatur beispielsweise mehr als 1400°C.

20

Um die thermische Stabilität der Quarzglastiegel zu erhöhen ist daher vorgeschlagen worden, diese mit einer Oberflächenschicht aus Cristobalit zu versehen. Der

25 Schmelzpunkt von Cristobalit liegt bei etwa 1720 °C. Ein derartiges Verfahren ist in der EP-A 748 885 beschrieben. Dabei wird die glasige Außenwandung eines handelsüblichen Tiegels aus opakem, blasenhaltigem Quarzglas mit einer chemischen Lösung behandelt, die Substanzen enthält, die eine Entglasung von Quarzglas zu Cristobalit fördern. Als kristallisationsfördernde Substanzen (im

30 folgenden auch als „Kristallisationspromotor“ bezeichnet) werden Bor-, Erdalkali- und

Phosphorverbindungen empfohlen. Bevorzugt wird Bariumhydroxid eingesetzt. Beim Aufheizen des Quarzglasriegels – zum Beispiel während des bestimmungsgemäßen Einsatzes beim Ziehprozess - kristallisiert die vorbehandelte Tiegelwandung unter Bildung von Cristobalit aus, was zu einer höheren mechanischen und thermischen

5 Festigkeit des Quarzglasriegels führt.

Die mittels des bekannten Verfahrens hergestellten Quarzglasriegel halten langen Prozessdauern beim Ziehen von Silizium-Einkristallen jedoch nur beschränkt stand. Die Stärke der kristallisierten Oberflächenschicht beträgt in der Regel weniger als 1 mm und ist damit relativ dünn. Es hat sich gezeigt, dass nach einer gewissen Zeit eine allmähliche Ablösung der kristallisierten Oberflächenschicht einsetzt. Abfallende Cristobaliteilchen gelangen dabei in die Siliziumschmelze und können zu Versetzungen im Silizium-Einkristall führen. Aus diesem Grund ist das bekannte Verfahren bisher für die Herstellung von großen Quarzglasriegeln - die zur Aufnahme eines großen Schmelzvolumens vorgesehen sind und daher bestimmungsgemäß

15 langen Prozesszeiten standhalten müssen - nicht geeignet.

Darüberhinaus kann beim Transport oder Handling des Quarzglasriegels Kristallisationspromotor abgerieben werden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Quarzglasriegeln mit reproduzierbaren Eigenschaften für lange  
● Standzeiten anzugeben.

Diese Aufgabe wird ausgehend von dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass in die Innenschicht der Kristallisationspromotor und eine reduzierend wirkende Substanz eingebracht werden

Das erfindungsgemäße Verfahren unterscheidet sich von dem eingangs  
25 beschriebenen, bekannten Verfahren durch zwei wesentliche Merkmale:

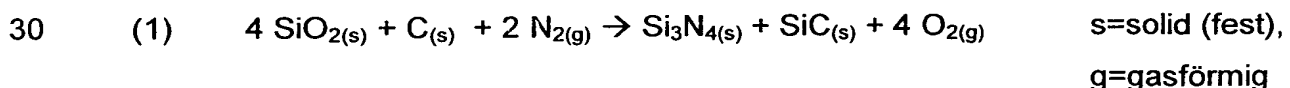
1. Erstens wird der Kristallisationspromotor in die Innenschicht eingebracht. Der Kristallisationspromotor ist somit in der Innenschicht enthalten und wirkt derart, dass er beim Aufheizen des Quarzglasriegels – etwa beim bestimmungsgemäßen Einsatz – zur Cristobalitbildung führt. Damit einhergehend kommt es zu der  
30 bekannten Wirkung der Cristobalitschicht, nämlich zu einer Verfestigung der

Innenwandung und damit zu einer Erhöhung der thermischen Stabilität und der chemischen Beständigkeit des Tiegels. Eine unbeabsichtigte Veränderung der Konzentration – etwa durch Abrieb bei Transport oder Handling des Quarzglasriegels – ist ausgeschlossen.

- 5 Darüberhinaus erlaubt es das erfindungsgemäße Verfahren, eine vorgegebene Dicke der kristallisierten Innenschicht durch die entsprechende Verteilung und Konzentration des Kristallisationspromotors in der Innenschicht definiert einzustellen. Insbesondere wird auf einfache Art und Weise eine stärkere und stabilere kristallisierte Schicht als bei dem bekannten Verfahren erhalten. Schichtdicken von mehreren Millimetern sind erreichbar.

2. Zweitens wird in die Innenschicht eine reduzierend wirkende Substanz eingebracht. Die Substanz entfaltet mindestens während des Einbringens in die Innenschicht eine reduzierende Wirkung, die aber auch während des bestimmungsgemäßen Einsatzes des Quarzglasriegels noch fortbestehen oder  
15 wieder einsetzen kann. Dies führt zu einem überraschenden Effekt hinsichtlich der Standzeiten des Quarzglasriegels, was im folgenden näher erläutert wird:

Es hat sich nämlich gezeigt, dass das Einsetzen des eingangs erwähnten allmählichen Ablösens der kristallisierten Innenschicht von Blasenwachstum in der Tiegelwandung beeinflusst wird. In der opaken Tiegelwandung ist eine  
20 Vielzahl von Blasen enthalten, in denen auch Gase eingeschlossen sein können. Infolge der hohen Temperatur beim Einsatz des Tiegels und insbesondere bei langen Prozesszeiten kann es zu einem Wachsen gashaltiger Blasen kommen, was durch die geringe Viskosität des Quarzglases gefördert wird. Wenn eine wachsende Blase von einer dichten Cristobalitschicht eingeschlossen ist, führt  
25 diese zu mechanischen Spannungen und zu lokalen Abplatzungen der Cristobalitschicht, und zwar umso eher, je dünner die Cristobalitschicht ist. Unter der Annahme, dass das Blasenwachstum maßgeblich durch Sauerstoff beeinflusst ist, könnte die dabei ablaufende chemische Reaktion anhand folgender Gesamtreaktionsgleichung beschrieben werden:



Danach bilden sich unter Mitwirkung von Luftstickstoff und Kohlenstoff, der in kleinen Mengen in den Ausgangssubstanzen enthalten ist oder der während des Herstellungsprozesse in die Tiegelwandung eingetragen werden kann, vier Mol Sauerstoff.

- 5 Ist jedoch eine reduzierend wirkende Substanz vorhanden, reagiert diese - mindestens während des Einbringens in die Innenschicht, vorzugsweise aber während des Ziehprozesses auch noch oder wieder - mit Sauerstoff unter Bildung eines aufoxidierten Feststoffes. Der Feststoff trägt zum Gesamt-Gasvolumen nicht bei. Diese „Getterwirkung“ der reduzierend wirkenden Substanz vermindert somit die durch überschüssigen oder während des Ziehprozesses entstehenden Sauerstoff verursachte Blasenbildung.

- 15 Erfindungsgemäß wird die reduzierend wirkende Substanz mindestens bei der Herstellung der Innenschicht eingesetzt, so dass sie im Bereich der Innenwandung des Tiegels die beschriebene blasenmindernde Getterwirkung entfaltet. Gerade dort erweist sie sich als wesentlich, weil damit auch das durch Blasenwachstum hervorgerufene Abplatzen von Cristobalit vermieden und somit die Standzeit des Quarzglasriegels verlängert wird.

- Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht somit einerseits eine definierte und reproduzierbare Cristobalitbildung im Bereich der Innenwandung des Quarzglasriegels, und andererseits gewährleistet das Verfahren, dass diese Cristobalitschicht während des bestimmungsgemäßen Einsatzes des Quarzglasriegels möglichst unbeschädigt erhalten bleibt. Der mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellte Quarzglasriegel hält daher langen Prozesszeiten stand. Erstmals wird der Einsatz großer Quarzglasriegel – während ihrer bestimmungsgemäß langen Prozesszeiten - mit kristallisierter Innenschicht ermöglicht, wobei das erfindungsgemäße Verfahren ein zusätzliches Aufbringen von Kristallisationspromotoren auf der Innenschicht des Quarzglasriegels nicht ausschließt.
- 25

- 30 Es wird eine Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens bevorzugt, bei welcher mindestens ein Teil des Kristallisationspromotors als reduzierend wirkende Substanz in die Innenschicht eingebracht wird. Hierbei erfüllt der Kristallisationspromotor beide

oben genannten Funktionen, indem er zum einen die Cristobalitbildung im Bereich der Innenwandung beim Wiederaufheizen des Quarzglastiegels fördert und gleichzeitig durch seine „Getterwirkung“ das Blasenwachstum mindert, und so einen festen Halt der Cristobalitschicht und damit eine lange Standzeit des

5 Quarzglastiegels gewährleistet. Dabei wirkt entweder ein und dasselbe chemische Element oder ein und dieselbe chemische Verbindung gleichzeitig als kristallisationsfördernd und blasenreduzierend – als gleichzeitig als Kristallisationspromotors und als reduzierend wirkende Substanz. Oder es handelt sich dabei um eine chemische Verbindung aus mehreren Komponenten, von denen  
10 ein Teil eine Wirkung als Kristallisationspromotor und ein anderer Teil eine Wirkung als reduzierend wirkende Substanz im Sinn dieser Erfindung entfaltet.

Vorzugsweise wird die als reduzierend wirkende Substanz eine solche Substanz eingesetzt, deren Sauerstoffverbindungen bis zu einer Temperatur von mindestens  
1450 °C als Feststoff vorliegen. Hierbei kommen in erster Linie Metalle oder  
15 Metallverbindungen in Frage. Aber auch Nichtmetalle oder Nichtmetallverbindungen, die in einer geringeren als ihrer höchsten Oxidationsstufe in die Innenschicht eingebracht werden können. Wesentlich ist, dass die durch Aufoxidation der reduzierend wirkenden Substanz entstehende chemische Verbindung als Feststoff anfällt und somit zum Gasvolumen innerhalb der Innenschicht und damit zur  
20 Blasenbildung nicht beiträgt.

Unter Berücksichtigung dieser Randbedingung wird für die meisten der nachfolgenden genannten Metalle eine blasenreduzierende Getterwirkung erwartet:  
W, Mo, Ba, Ti, Ga, Ge, In, Sn, Tl, Pb, Zr, Si, Erdalkalimetalle, Seltenerdmetalle, Fe  
und ihren unter den Bedingungen des Kristallziehprozesses reduzierend wirkenden  
25 Verbindungen in Form von Oxiden, Hydriden, Nitriden, Siliziden, Karbonaten, Titanaten, Zirkonaten, Wolframaten, Molybdaten, Ferraten, Cobaltaten, Nickelaten, Vanadaten, Niobaten, Tantalaten und Chromaten gefunden.

Von den genannten Metallen und Metallverbindungen zeigen insbesondere die Erdalkalimetalle und Seltenerdmetalle sowie Ti, Al und Zr auch eine kristallisationsfördernde Wirkung in Quarzglas. Vorzugsweise wird jedoch als  
reduzierend wirkende Substanz eine Oxidverbindung in nicht vollständig aufoxidierte  
Form eingesetzt.

Es hat sich als besonders günstig erwiesen, die reduzierende Wirkung der Substanz dadurch einzustellen, dass reduzierende Bedingungen beim Herstellen der Innenschicht aufrechterhalten werden. Reduzierende Bedingungen beim Herstellen der Innenschicht lassen sich besonders einfach durch eine reduzierend wirkende Substanz 5 Atmosphäre einstellen. Dadurch ist es möglich, als reduzierend wirkende Substanz auch eine solche chemische Verbindung einzusetzen, die in einer hohen oder in ihrer höchsten Oxidationsstufe vorliegt.

Im Hinblick hierauf hat es sich bewährt, die Innenschicht durch Lichtbogenschmelzen unter Einsatz mindestens einer Graphitelektrode herzustellen. Dabei wird eine  $\text{SiO}_2$ -haltige Körnung in einen Lichtbogen eingebracht und unter der Wirkung der den 10 Lichtbogens erzeugten Gasströmung gegen die Innenwandung des Ziegelbasiskörpers geschleudert und dort aufgeschmolzen. Im Bereich der Graphitelektrode oder der Graphitelektroden herrschen einige  $1000^\circ\text{C}$ , so dass das Graphit mit Sauerstoff reagiert, wobei sich aufgrund der hohen Temperatur 15 vorwiegend reduzierend wirkendes Kohlenmonoxid bildet (Boudouard-Gleichgewicht). Aufgrund der CO-Bildung ergeben sich reduzierende Bedingungen beim Einbringen des Kristallisationspromotors und der reduzierend wirkenden Substanz in die Innenschicht.

Die reduzierend wirkende Substanz kann in fester, flüssiger oder gasförmiger Form in 20 die Innenschicht eingebracht werden. Als besonders günstig hat es sich jedoch erwiesen, die Innenschicht mittels  $\text{SiO}_2$ -Körnung zu erzeugen, die die reduzierend wirkende Substanz in Form eines Dotierstoffs enthält. Dadurch wird eine besonders homogene und insbesondere eine definierte Verteilung der Substanz innerhalb der Innenschicht gewährleistet. Als Dotierstoff kann die reduzierend wirkende Substanz 25 in einer beliebigen Oxidationsstufe vorliegen, solange sichergestellt ist, dass beim Einbringen der Substanz in die Innenschicht eine reduzierende Wirkung erreicht wird.

Es hat sich auch bewährt, gleichzeitig mehrere reduzierend wirkende Substanzen mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung in die Innenschicht einzubringen. Durch die Auswahl und Dosierung unterschiedlich wirkender Substanzen wird eine gleichzeitige Optimierung im Hinblick auf Getterwirkung und Cristobalitbildung vereinfacht.

Die reduzierend wirkende Substanz kann über die Tiegelwandung und insbesondere über die Dicke der Innenschicht gesehen, einen homogenen Konzentrationsverlauf aufweisen. Es hat sich aber auch als günstig erwiesen, in der Innenschicht einen Konzentrationsgradienten der reduzierend wirkenden Substanz einzustellen. Dabei zeigt die reduzierend wirkende Substanz über der Innenschicht einen Konzentrationsgradienten, mit einer vorzugsweise von Innen nach Außen ansteigenden Konzentration. Beim Ablösen von Cristobalit von der Innenschicht gelangt so möglichst wenig der reduzierend wirkende Substanz in die Metallschmelze. Da beim Kristallziehprozess an der Innenwandung höhere Temperaturen als im Inneren der Tiegelwandung herrschen, genügt auch eine geringere Konzentration des Kristallisationspromotors (in Form der reduzierend wirkenden Substanz) für die Ausbildung einer dichten Cristobalitschicht. Andererseits entfaltet die reduzierend wirkende Substanz im Bereich der blasenhaltigen Außenschicht des Quarzglasriegels eine stärkere „Getterwirkung“ aufgrund ihrer höheren Konzentration in diesem Bereich.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert.

In einem ersten Verfahrensschritt wird ein Tiegelbasiskörper nach dem bekannten Verfahren hergestellt. Hierzu wird kristalline Körnung aus natürlichem Quarz mit einer Korngröße von 90 bis 315 µm mittels Heißchlorierung gereinigt und in eine Metallform eingefüllt, die um ihre Längsachse rotiert. Unter der Wirkung der Zentrifugalkraft und Zuhilfenahme einer Schablone wird aus der Schüttung an der Innenwandung der Metallform eine rotationssymmetrische, gleichmäßig dicke Quarzkörnungs-Schicht geformt.

In einem zweiten Verfahrensschritt wird auf der Innenwandung der Quarzkörnungs-Schicht mittels des sogenannten „Einstreuverfahrens“ eine transparente Innenschicht erzeugt. Hierzu wird unter anhaltender Rotation hochreine SiO<sub>2</sub>-Körnung in die Metallform eingestreut und mittels eines Lichtbogens, der von oben in die Metallform abgesenkt wird, erweicht, gegen die Innenwandung des Tiegelbasiskörpers geschleudert und darauf aufgeschmolzen. An der Innenwandung wird eine Maximaltemperatur von über 2100°C erreicht. Es bildet sich eine nach außen, in Richtung auf die Metallform, fortschreitende Schmelzfront, in deren Folge die Innenschicht zu einem transparentem Quarzglas erschmolzen und die



Quarzkörnungs-Schicht zu dem Tiegelbasiskörper aus opakem Quarzglas gesintert wird. Das Erschmelzen wird beendet bevor die Schmelzfront die Metallform erreicht.

Der Lichtbogen wird unter Atmosphärenbedingungen durch zwei Graphitelektroden gezündet. Durch Abbrand von Graphit bilden sich  $\text{CO}_2$  und  $\text{CO}$ , wobei aufgrund der hohen Temperaturen von mehreren tausend Grad Celsius das Boudouard-Gleichgewicht deutlich zu Gunsten der  $\text{CO}$ -Bildung verschoben ist, so dass sich im Bereich des Lichtbogens eine reduzierende Atmosphäre einstellt.

Gleichzeitig wird in die Innenschicht eine reduzierend wirkende Substanz und ein Kristallisationspromotor im Sinne der vorliegenden Erfindung eingebracht. Die Herstellung der Innenschicht und das Einbringen des Kristallisationspromotors werden nachfolgend anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert:

#### Beispiel 1:

$\text{SiO}_2$ -Körnung wird mit 0,1 Gew.-% eines  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Pulvers vermischt und aus der Mischung mittels des sogenannten „Einstreuverfahrens“ unter Einsatz eines Lichtbogens eine transparente Innenschicht auf einem opaken Tiegelbasiskörper erzeugt. Die Innenschicht erstreckt sich über den gesamten Tiegelbasiskörper und hat eine Dicke von 2 mm.

Die so erzeugte Innenschicht wurde anschließend einem sogenannten „Vacuum-Bake-Test“ unterzogen, wobei die Bedingungen beim Kristallziehprozess nachgeahmt werden. Diese Probe wurde mit einer Vergleichsprobe, bei welcher die Innenschicht unter Einsatz eines Lichtbogens, aber ohne Zugabe eines Dotierstoffs erschmolzen wurde, verglichen. Im Vergleich zu dieser Probe wurde bei der  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -dotierten Innenschicht ein deutlich geringeres Blasenwachstum im Bereich der Innenschicht beobachtet, während die Oberfläche der Innenschicht eine Cristobalitbildung zeigte.

Ähnliche Versuche wurden mit den in Spalte 1 der Tabelle 1 genannten Substanzen durchgeführt. Die Konzentration dieser Substanzen in der Innenschicht war jeweils homogen und lag bei 0,1 Mol-%. Die dabei erhaltenen Ergebnisse sind qualitativ in Tabelle 1 zusammengefasst.

**Tabelle 1**  
**„Reduzierend wirkende Substanzen und Kristallisationspromotoren“**

Substanz / Verbindung	Wirkung	
	Blasenreduzierung	Cristobalitbildung
W (mittlere Korngröße 12 µm)	Ja	Nein
W (Korngröße 100 mesh)	Ja	Nein
WSi <sub>2</sub>	Ja	Nein
Mo	(Ja)	Nein
BaCO <sub>3</sub>	Kein Blasenwachstum feststellbar	Ja
BaTiO <sub>3</sub>		Ja
BaZrO <sub>3</sub>		Ja
BaWO <sub>4</sub>	Ja	Ja
Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ja	Wenig
TiO <sub>2</sub>	(Ja)	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nein	Ja
ZrO <sub>2</sub>	Nein	Ja

5 Durch Zugabe von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und ZrO<sub>2</sub> konnte lediglich eine Cristobalitbildung im Bereich der Innenschicht erzeugt werden, jedoch keine Verringerung des Blasenwachstum erreicht werden. Diese Substanzen sind zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens somit nur in Verbindung mit einer reduzierend wirkenden Substanz geeignet.

Umgekehrt zeigen die Metalle Wolfram und Molybdän und deren in der Tabelle 1 genannte chemische Verbindungen zwar eine deutliche blasenreduzierende Wirkung, wogegen hier die kristallisationsfördernde Wirkung fehlt. Diese Substanzen sind zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens somit nur in Verbindung mit einem geeigneten Kristallisationspromotor geeignet. Hinsichtlich Molybdän ist anzumerken, dass dieses Metall bei vergleichsweise niedrigen Temperaturen flüchtige Oxidverbindungen bilden kann, die sich nachteilig auf die Blasenreduktion auswirken können. Es ist daher zu gewährleisten, dass das Molybdän innerhalb der Innenschicht im wesentlichen in einer Oxidationsstufe vorliegt, bei deren weiterer Aufoxidation solche Oxide entstehen, die bei der Temperatur der Siliziumschmelze fest sind.

Beim Einbringen von  $\text{TiO}_2$  unter den reduzierenden Bedingungen des Lichtbogenschmelzens wurde eine blasenreduzierende Wirkung beobachtet, die vermutlich auf die Bildung von Suboxiden des  $\text{TiO}_2$  zurückzuführen ist. Außerdem zeigt sich eine geringfügige Cristobalitbildung, von der aber zu erwarten ist, dass sie durch höhere  $\text{TiO}_2$ -Dotierungen bei der Herstellung der Innenschicht verstärkt werden kann.

### Beispiel 2:

Zur Herstellung einer Innenschicht bei einem Quarzglasiegel wird  $\text{SiO}_2$ -Körnung mit 0,5 Gew.-% eines  $\text{BaTiO}_3$ -Pulvers vermischt und aus der Mischung - wie in Beispiel 1 anhand von  $\text{SiO}_2$ -Körnung beschrieben - mittels des sogenannten „Einstreuverfahrens“ eine transparente Innenschicht unter Einsatz eines Lichtbogens erzeugt. Auch diese Innenschicht erstreckt sich über den gesamten Tiegelbasiskörper und hat eine Dicke von 3 mm.

Die so erzeugte Innenschicht wurde einem „Vacuum-Bake-Test“ unterzogen. Dabei wurde eine so deutliche Kristallisation der Innenschicht gefunden, dass die Ermittlung der Wirkung auf das Blasenwachstum erschwert war. Soweit unter diesen Bedingungen messbar – fand kein wesentliches Blasenwachstum statt.

**Beispiel 3:**

Zur Herstellung einer Innenschicht bei einem Quarzglasiegel wird  $\text{SiO}_2$ -Körnung mit 0,3 Gew.-% eines  $\text{BaWO}_4$ -Pulvers vermischt und aus der Mischung - wie in Beispiel 1 anhand von  $\text{SiO}_2$ -Körnung beschrieben - mittels des sogenannten

- 5 „Einstreuverfahrens“ eine transparente Innenschicht unter Einsatz eines Lichtbogens erzeugt. Auch diese Innenschicht erstreckt sich über den gesamten Tiegelbasiskörper und hat eine Dicke von 3 mm.

Die so erzeugte Innenschicht wurde einem „Vacuum- Bake-Test“ unterzogen. Dabei wurde eine etwas geringere Kristallisation der Innenschicht als in Beispiel 2

gefunden, was die Ermittlung des Blasenwachstum erleichterte. Dabei ergab sich ein deutlich geringes Blasenwachstum als bei der Vergleichsprobe.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Quarzglasriegels, indem ein Tiegelbasiskörper mindestens teilweise mit einer Innenschicht versehen wird, in welcher unter Einsatz eines Kristallisationspromotors eine Cristobalitbildung herbeigeführt wird, dadurch gekennzeichnet, dass in die Innenschicht der Kristallisationspromotor und eine reduzierend wirkende Substanz eingebracht werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Teil des Kristallisationspromotors als reduzierend wirkende Substanz in die Innenschicht eingebracht wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als reduzierend wirkende Substanz eine solche Substanz eingesetzt wird, deren Sauerstoffverbindungen bis zu einer Temperatur von mindestens 1450 °C als Feststoff vorliegen.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die reduzierende Wirkung der Substanz durch reduzierende Bedingungen beim Herstellen der Innenschicht eingestellt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Innenschicht durch Lichtbogenschmelzen unter Einsatz mindestens einer Graphitelektrode hergestellt wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die reduzierend wirkende Substanz Titan, Wolfram, Molybdän, Silizium oder Zirkonium enthält.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als reduzierend wirkende Substanz eine Oxidverbindung in nicht vollständig aufoxidierte Form eingesetzt wird.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Verfahrensansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Innenschicht mittels SiO<sub>2</sub>-Körnung erzeugt wird, das die reduzierend wirkende Substanz in Form eines Dotierstoffs enthält.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass gleichzeitig mehrere reduzierend wirkende Substanzen mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung in die Innenschicht eingebracht werden.
- 5 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der Innenschicht ein Konzentrationsgradient der reduzierend wirkenden Substanz eingestellt wird.

**Patentanmeldung****Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG****Verfahren zur Herstellung eines Quarzglastiegels**

5

**Zusammenfassung**

Es ist ein Verfahren zur Herstellung eines Quarzglastiegels bekannt, bei dem ein Tiegelbasiskörper mindestens teilweise mit einer Innenschicht versehen wird, in welcher unter Einsatz eines Kristallisationspromotors eine Cristobalitbildung herbeigeführt wird. Um hiervon ausgehend ein Bauteil aus Quarzglas anzugeben, das sich durch hohe ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Quarzglastiegeln mit reproduzierbaren Eigenschaften für lange Standzeiten anzugeben, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, dass in die Innenschicht der Kristallisationspromotor und eine reduzierend wirkende Substanz eingebracht werden.

15